

**ВЛИЯНИЕ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ И РЕЖИМОВ ХИМИКО-ТЕРМИЧЕСКОЙ  
ОБРАБОТКИ НА КОНЦЕНТРАЦИЮ КИСЛОРОДА В СПЛАВЕ СИСТЕМЫ V–Cr–Zr–Ta**

А.С. Цверова<sup>1</sup>, И.В. Смирнов<sup>1,2</sup>, К.В. Гриняев<sup>1,2</sup>

Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. А.Н. Тюменцев<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Томский государственный университет, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050

<sup>2</sup> Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Россия,  
г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055

E-mail: [tsverova@mail.ru](mailto:tsverova@mail.ru)

**INFLUENCE OF DEFECT STRUCTURE AND CHEMICAL-HEAT TREATMENT MODES ON  
OXYGEN CONCENTRATION IN V-Cr-Zr-Ta ALLOY**

A.S. Tsverova<sup>1</sup>, I.V. Smirnov<sup>1,2</sup>, K.V. Grinyaev<sup>1,2</sup>

Scientific Supervisor: professor, PhD A.N. Tumentsev

<sup>1</sup> Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenina str., 36, 634050

<sup>2</sup> Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, Akademicheskii str, 2/4, 634055

E-mail: [tsverova@mail.ru](mailto:tsverova@mail.ru)

**Abstract.** *This work presents investigation of influence of the defect structure and chemical-heat treatment duration on oxygen concentration in the vanadium based alloy. It was found that with the increasing of plastic deformation degree oxygen concentration increases due to grain refining and dislocation density increasing. Mechanical properties investigations show that the increasing of oxygen concentration leads to significant microhardness increasing.*

**Введение.** Хорошо известно, что сплавы на основе ванадия характеризуются высокой химической активностью к примесям внедрения (O, C, N) [1]. Повышение концентрации последних приводит к формированию твердых растворов и частиц вторых фаз, что переводит такие материалы в разряд гетерофазных. Для модификации структурно-фазового состояния этих материалов в настоящее время применяются методы термомеханической (ТМО) [2, 3] и химико-термической обработок (ХТО) [4]. Авторами [4] показано, что именно применение ХТО с формированием жаростойкой оксидной фазы обеспечивает существенный рост прочностных свойств при высоких температурах. В то же время на фоне существенного увеличения прочности окисленных ванадиевых сплавов часто наблюдается резкое снижение их пластичности. Таким образом, для контролируемого обеспечения оптимального сочетания прочности и пластичности при реализации ХТО необходим учет ключевых факторов, определяющих скорость легирования кислородом, в том числе в зависимости от элементного состава матрицы сплава.

В настоящей работе проведено исследование влияния дефектной структуры и продолжительности химико-термической обработки на концентрацию кислорода в малоактивируемом ванадиевом сплаве системы V–Cr–Zr–Ta.

**Материалы и методы исследования.** В работе использован сплав V–6.80 Cr–6.10 Ta–0.79 Zr–0.031 C–0.052 O–0.009 N (вес. %) (V–Cr–Zr–Ta), образцы которого подвергали термомеханической обработке (ТМО I) [3]. После ТМО проведен стабилизирующий часовой отжиг в вакууме при 1100 °С.

Последующую деформацию образцов осуществляли прокаткой при комнатной температуре ( $e = 0.7$  и  $1.6$ ). Далее образцы после заключительного отжига и указанных степеней деформации подвергали ХТО методом низкотемпературного диффузионного легирования по режиму [4]. При этом отжиг на воздухе, являющийся одним из этапов данной ХТО, проводился в течение  $t_0 = 1.5, 3$  или  $6$  часов.

Исследование микроструктуры проведено с использованием методов просвечивающей электронной микроскопии [5] и метода дифракции обратно рассеянных электронов. Микротвердость образцов после различных этапов деформационного, термического и химико-термического воздействия определяли методом Виккерса. Измерения проводили в центральной части образцов.

**Результаты и их обсуждение.** После ТМО I и отжига при  $1100^\circ\text{C}$  наблюдается преимущественное формирование мелкокристаллической ( $3 - 15$  мкм) зеренной фракции и отдельных крупных зерен ( $30$  мкм и более) (таблица 1). Последующая деформация прокаткой (до  $e = 0.7$ ) приводит к формированию анизотропного структурного состояния. Исходные зерна вытягиваются в направлении прокатки, образуя полосы длиной от нескольких десятков мкм до сотен мкм, ширина которых составляет  $10 - 15$  мкм. Внутри зерен наблюдаются структурные состояния, характеризующиеся непрерывным изменением ориентации кристаллической решетки. Увеличение степени деформации до  $e = 1.6$  помимо формоизменения сопровождается процессами фрагментации на полосы шириной не более  $5$  мкм. Скалярная плотность дислокаций ( $\rho_c$ ) внутри зерен после ТМО I и отжига при  $1100^\circ\text{C}$  не превышает значений  $\approx 10^{10} \text{ см}^{-2}$ . После  $e = 0.7$   $\rho_c$  увеличивается до  $(2.5 - 3.0) \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ , а при  $e = 1.6$  – до  $(3.3 - 4.1) \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ . При этом установлено, что после  $e = 0.7$  в материале появляются субструктуры, характеризующиеся кривизной кристаллической решетки ( $\chi_{ij}$ ) до  $5$  град/мкм. Увеличение  $e$  до  $1.6$  сопровождается появлением отдельных участков, в которых  $\chi_{ij}$  достигает  $10 - 15$  град/мкм (таблица 1).

Таблица 1

*Параметры зеренной и субзеренной структуры ( $d$ ), значения скалярной плотности дислокаций ( $\rho_c$ ) и кривизны кристаллической решетки ( $\chi_{ij}$ )*

Состояние	Размер зерен, мкм	$\rho_c, \text{см}^{-2}$	$\chi_{ij}, \text{град/мкм}$
Исходное [11] ТМО I, $1100^\circ\text{C}$	$d_{\text{мел.ф.}} \approx 3 - 15 \text{ мкм}; d_{\text{кр.ф.}} \approx 30 - 100 \text{ мкм}$	$\sim 10^{10}$	–
ТМО I, $1100^\circ\text{C}$ $e = 0.7$	$d_{\perp} \approx 10 - 15 \text{ мкм}; d_{\parallel} \approx 15 - 100 \text{ мкм};$ $d_{\text{субз.}} \approx 0.3 - 3 \text{ мкм}$	$(2.5 - 3.0) \cdot 10^{10}$	$\leq 5$
ТМО I, $1100^\circ\text{C}$ $e = 1.6$	$d_{\perp} \leq 5 \text{ мкм}; d_{\parallel} \approx 50 - 300 \text{ мкм};$ $d_{\text{субз.}} \approx 0.3 - 3 \text{ мкм}$	$(3.3 - 4.1) \cdot 10^{10}$	$5 - 15$
$d_{\text{мел.ф.}}$ и $d_{\text{кр.ф.}}$ – размеры зерен мелкой и крупной фракций; $d_{\perp}$ – размер зерен в направлении, перпендикулярном направлению прокатки; $d_{\parallel}$ – размер зерен в направлении прокатки; $d_{\text{субз.}}$ – размер субзерен; $\chi_{ij}$ – значения компонент тензора изгиба кручения [5].			

Анализ и сопоставление результатов позволяют наглядно продемонстрировать (таблица 2), что такие структурные изменения при увеличении степени деформации способствуют существенному росту значений концентрации вводимого кислорода.

Таблица 2

Концентрация вводимого кислорода ( $C_O$ ) и значения микротвердости ( $H_{\mu}$ ) сплава V–Cr–Ta–Zr

$t_o$ , ч	1100 °С		1100 °С + ( $e = 0.7$ )		1100 °С + ( $e = 1.6$ )	
	$C_O$ , ат. %	$H_{\mu}$ , ГПа	$C_O$ , ат. %	$H_{\mu}$ , ГПа	$C_O$ , ат. %	$H_{\mu}$ , ГПа
–	–	1.49	–	2.13	–	2.42
$t_o = 1.5$	1.10	1.57	2.26	3.51	4.51	6.17
$t_o = 3.0$	1.13	1.61	2.40	3.71	5.17	6.89
$t_o = 6.0$	1.33	2.34	2.67	3.88	5.71	8.31

Исследование процессов окисления показало, что коэффициент ( $k$ ), характеризующий скорость окисления сплава в процессе ХТО, значительно зависит от предварительной обработки. В частности, после отжига при 1100 °С,  $k$  составляет  $\approx 1.40 \cdot 10^{-10}$  кг/(м<sup>2</sup> · с). Последующая прокатка до  $e = 0.7$  приводит к увеличению  $k$  на  $\approx 3$  % ( $k \approx 1.44 \cdot 10^{-10}$  кг/(м<sup>2</sup> · с)), а после деформации до  $e = 1.6$  наблюдается существенное повышение  $k$  на  $\approx 13$  % ( $k \approx 1.58 \cdot 10^{-10}$  кг/(м<sup>2</sup> · с)).

Кроме того, изучение механических свойств сплава V–Cr–Zr–Ta на разных этапах обработки позволило установить, что увеличение концентрации вводимого кислорода в интервале 1.10 ÷ 5.72 ат. % приводит к практически линейному увеличению значений микротвердости от 1.57 ГПа до 8.31 ГПа.

**Заключение.** Установлено, что измельчение зеренной структуры и повышение  $\rho_c$  в результате пластической деформации приводит к увеличению коэффициента окисления ( $k$ ) сплава V–Cr–Zr–Ta и, соответственно, к повышению концентрации вводимого кислорода. Показано, что рост концентрации кислорода при ХТО способствует увеличению значений микротвердости изучаемого сплава.

Авторы выражают благодарность Дитенбергу И.А., Тюменцеву А.Н., Чернову В.М. за организацию исследовательской работы и обсуждение полученных результатов. Результаты получены с использованием оборудования Томского материаловедческого центра коллективного пользования ТГУ. Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-08-00213\_А.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Фромм Е., Гебхардт Е. Газы и углерод в металлах. – М.: Металлургия, 1980. – 712 с.
2. Chen J.M., Chernov V.M., Kurtz R.J. Muroga T. Overview of the vanadium alloy researches for fusion reactors // Journal of Nuclear Materials. – 2011. – V. 417. – P. 289–294.
3. Tyumentsev A.N., Ditenberg I.A., Grinyaev K.V. et al. The Effect of Thermomechanical Treatment Regimes on Microstructure and Mechanical Properties of V–Me(Cr, W)–Zr–C Alloys // Physics of Atomic Nuclei. – 2015. – Vol. 78. – № 10. – P. 1092–1099.
4. Potapenko M.M., Chernov V.M., Drobyshev V.A. et al. Microstructure and mechanical properties of V–4Ti–4Cr alloy as a function of the chemical heat treatment regimes // Physics of Atomic Nuclei. – 2015. – V. 78. – № 10. – P. 1087–1091.
5. Тюменцев А.Н., Дитенберг И.А. Структурные состояния с высокой кривизной кристаллической решетки в субмикроструктурных и нанокристаллических металлических материалах // Известия вузов. Физика. – 2011. – № 9. – С. 26–36.